

Claim:

1. A method of separating a polyarylene-ether, comprising the steps of adding a precipitant to a toluene solution of a polyarylene-ether, separating the precipitated polyarylene-ether from the liquid, and recovering the precipitant from the liquid from which the precipitated polyarylene-ether has been separated for recycling, wherein the precipitant used is a liquid substantially consisting of an azeotropic mixture of methanol and toluene, and the mixture of methanol and toluene is recovered by distillation from the liquid from which the precipitated polymer has been separated.

⑤Int.C1.
C 088

⑥日本分類
26 D 0
25 H 6

日本国特許庁

⑦特許出願公告
昭45-35070

⑧特許公報

⑨公告 昭和45年(1970)11月10日
発明の数 1
(全3頁)

1

⑩ポリアリーレン・エーテルをそのトルエン溶液
から分離する方法

⑪特 願 昭40-69988

⑫出 願 昭40(1965)11月16日 5
優先権主張 ⑬1964年11月19日⑭オランダ国⑮6413440

⑮発明者 ジアン・エイ・メイジス
オランダ国アルンヘム・バン・ヘ
ームストララーン108
同 フランシスクス・アイ・エム・バ
ン・ハーレン
オランダ国ベルブ・ソートガニシ
ンゲル19

⑯出願人 ナームルーズ・ベンノットシヤツ
ブ・オンデルツエキングス・イン
スチテュウト・レサーチ
オランダ国アルンヘム・ベルバ
ウエグ76

代表者 ジエイ・オステルマン
同 アール・ツウインジング
代理人 弁理士 金丸義男 外2名

図面の簡単な説明

図面は本発明の方法を実施するに適する装置の 25
図解図である。

発明の詳細な説明

本発明はポリアリーレン・エーテルをそのトル
エン溶液から分離する方法に関し、さらに詳しく
言えば、ポリアリーレン・エーテルのトルエン溶
液は沈澱剤を加え、得られたポリアリーレン・エ
ーテルの沈澱を液体から分離させ、その後に、沈
澱されたポリアリーレン・エーテルを分離し去つ
た液から再使用のために沈澱剤を回収することか
ら成るポリアリーレン・エーテルの分離法に関す
る。

殆んど多くの場合、ポリアリーレン・エーテル
は溶液の形で得られる。この重合体はこれの溶液

へ沈澱剤を加えることにより一般に該溶液から分
離される。

ポリアリーレン・エーテルの製造法は例えば英
国特許第930993号明細書に記載され、こゝ
では多数のポリアリーレン・エーテル類が挙げられ
、また溶剤としては就中、トルエンを記載して
おり、さらに沈澱剤の1つとしてメタノールを挙
げている。

工業的規模でポリアリーレン・エーテルを製造
するに当つて、技術的、経済的な理由からトルエ
ンを溶剤として且つメタノールを沈澱剤として用
いるのが有利である。

沈澱された重合体を分離し去つた液から沈澱剤
を回収するのはその場合、相当に費用がかゝる。

何故ならば、実質的にトルエンからなる1つの相
と、水-メタノール混合物から実質的に成る別の
相との2相系を得るためにには、トルエンとメタノ
ールとの混合物に対して先づ水を加え、次いで蒸
留により第1の相から純トルエンを且つ第2の相
から純メタノールを回収し、これを沈澱剤として
再使用する必要があるからである。特にメタノー
ルと水との混合物からメタノールを回収する
のは、高いエネルギー費を要する。

本発明によると、従来法に比して造るかに簡単
に且つ経済的な手段でトルエン溶液からのポリア
リーレン・エーテルの分離及びこれに次ぐ沈澱剤
液体の回収を行い得るものである。

本発明の方法は、ポリアリーレン・エーテルを
これのトルエン溶液から分離するに当つて、用い
る沈澱剤が共沸組成のメタノール/トルエン混
合物であり、しかも沈澱された重合体を分離し去つ
た液から該メタノール/トルエン混合物を蒸留で
回収することを特徴とする。

本発明の方法の利点は第1に水からのメタノー
ルの分離、即ち比較的に費用の高いこの分離がも
はや必要でないことである。

さらに別の大きな利点は、本発明の方法では特
に容易に洗滌できる形で重合体を沈澱させること

である。このことによつて洗滌工程が簡単になり且つ費用が安くなる。単位重量当りの重合体の洗滌に要する洗滌液が少くて済むからである。

沈澱された重合体を分離し去つた後（この液はメタノールとトルエンとから実質的に成る）を蒸留にかけると、共沸組成のメタノール／トルエン混合物が留去し、遂には、メタノールを含まない液が残る。このメタノールを含まない液は簡単に蒸留することができ、純トルエンが回収され、これは例えは酸化的の重合法で反応媒質として使用 10 できる。

沈澱された重合体は一般には洗滌されるものであるが、この洗滌には本発明の方法ではメタノール含有液を用いるのが好まれる。この洗滌液は、使用後は、重合体を分離し去つた液に加えられ、15 得られた混合物は蒸留にかけられる。この洗滌液としては、洗滌剤と同じ組成の液体を用いるのが好ましい。

本発明の方法を次に実施例によつて説明する。

実施例

添付図面に示した装置でトルエンに溶解されたポリ-(2, 6-ジメチルフェニレン・オキシド)をこの溶液から分離し、洗滌する。

図面に於いて、重合体溶液は供給管 1 で攪拌器をもつ沈澱器 2 に送り、こゝで供給管 4 を介して送られた沈澱剤と接触する。その結果、重合体は沈澱する。得られた懸濁液を排出管 5 を通して遠心分離器 6 に送り、こゝで沈澱を液から分離する。沈澱を排出部 7 を通して排出し、さらに洗滌槽 8 で洗滌する。洗滌液は補給槽 9 から管 10 に 30 より洗滌槽 8 に供給される。

洗滌された沈澱を洗滌槽 8 から管 11 により排出し、使用済みの洗滌液を管 12 を介して蒸留塔 13 に送る。遠心分離器 6 で分離された液は、これを管 14 を通して蒸留塔 13 に送る。蒸留塔 13 の上方の留出分はコンデンサー 15 及び管 16 を通して補給槽 9 に送る。

下方の留出分は、これを管 17 により排出し、蒸留後は再び重合体の溶剤として用いることができる。メタノールを管 18 を通して補給し、これにより、管 11 を通して重合体と一緒に装置系を去つたメタノール分を補償させる。

装置を連続に作動させたとき装置の種々な部分を通る生成物の組成を次の表に示す。管 1 を介して反応混合物を供給する。この反応混合物は、銅 45 ルエン混合物より実質的に成る液体であり、沈澱

一アミン酸化合物の存在下にトルエン溶液中で 2, 6-ジメチルフェノールを空気酸化して得られ、トルエンに溶解されたポリ-(2, 6-ジメチルフェニレン・オキシド)と、触媒残渣と、副生成物（以後では不純物という）とを含む。

表中の数字は単位時間当りの重量部を示す。

実験

管の番号	重合体	トルエン	メタノール	不純物
1	8	100	—	3
4	—	31	69	—
5	8	131	69	3
7	8	5	3	0.1
14	—	126	66	2.9
10	—	19	42.3	—
11	8	5	3	—
12	—	19	45.3	0.1
16	—	50	111.3	—
17	—	95	—	3
18	—	—	3	—

本発明は前記の例に限定されず、種々な変更が本発明の範囲内で可能である。例えは沈澱は種々な容器で行うことができ、先に示した以外の他の割合量を選ぶこともでき、また洗滌工程で用いる洗滌液も前記のものと異なつてよい。本発明の必須要件は、沈澱剤として用いられる液体が重合体を分離し去つた液を蒸留する際に形成される共沸組成の混合物から実質的に成るものである。

後記の特許請求の範囲に記載の本発明の方法について、その好ましい実施の態様例を挙げると次の如くである。

沈澱された重合体をメタノール又はメタノールとトルエンとの混合物で洗滌し、その後に、この洗滌液を重合体を分離し去つた液へ加え、こうして得られた混合液を蒸留にかけること。

特許請求の範囲

1 ポリアリーレン・エーテルのトルエン溶液に沈澱剤を加え、得られたポリアリーレン・エーテルの沈澱を液体から分離させ、その後に、沈澱されたポリアリーレン・エーテルを分離し去つた液から再使用のために沈澱剤を回収することから成るポリアリーレン・エーテルの分離法に於いて、用いられる沈澱剤は、共沸組成のメタノール／トルエン混合物より実質的に成る液体であり、沈澱

5

6

された重合体を分離し去つた液から、該メタノール／トルエン混合物を蒸留で回収することを特徴

とする、トルエン溶液からポリアリーレン・エーテルを分離する方法。

